PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

63-125642

(43)Date of publication of application: 28.05.1988

(51)Int.Cl.

C22C 38/28 C22C 38/00 C22C 38/00 C23C 8/22 C23C 8/30 C23C 8/46 C23C 8/50 C23C 8/56 C23C 8/66 C23C 8/76

(21)Application number: 61-269719

(71)Applicant: NISHIZAWA TAIJI

IWATE SEITETSU KK

(22)Date of filing:

14.11.1986

(72)Inventor: NISHIZAWA TAIJI

ISHIDA KIYOHITO OBARA YASUSHI KAWAHARA NORIZO

(54) STEEL HAVING HYPER-FINE CRYSTALLINE GRAIN STRUCTURE AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce steel products having hyper-fine crystal grain structure and having excellent strength and toughness by subjecting an alloy steel contg. specific alloy elements to carburizing, nitriding or carbonitriding to precipitate carbide, nitride or carbonitride and adjusting the size and amt. thereof.

CONSTITUTION: The alloy steel contg., by weight %, 0.01W30.0% AI, Ti, V, Cr, Mo, W, Nb, and 0.01W10.0% 1 or ≥2 kinds among Zr, Ta and Hf is given stress by warm or cold rolling and is then subjected to the carburizing, nitriding or carbonitriding treatment to finely and uniformly precipitate the carbide, nitride or carbonitride. The alloy steel is otherwise first finely and uniformly precipitated with the carbide, nitride or carbonitride and is given stress by the warm or hot rolling and thereafter, the alloy steel is recrystallized by annealing. The alloy steel is otherwise uniformly and finely precipitated with the carbide, nitride or carbonitride and thereafter, several sheets or several tens sheets thereof are superposed and subjected to hot working and joining, then further to hot and cold working to be given stress, following which the steel sheets are recrystallized by annealing. The steel products having the hyper–fine crystal grain structure and having the excellent strength and toughness are thereby produced.

⑲ 日本国特許庁(JP)

⑪特許出願公開

⑩ 公 開 特 許 公 報 (A) 昭63 - 125642

<pre>⑤Int.Cl.⁴</pre>	識別記号	庁内整理番号	43公開	昭和63年(1988)5月28日
C 22 C 38/28 38/00	3 0 1 3 0 2	N - 7147 - 4K Z - 7147 - 4K		
C 23 C 8/22 8/26 8/30 8/46 8/50 8/56	3 0 2	6554-4K 6554-4K 6554-4K 6554-4K 6554-4K 6554-4K 6554-4K※審査請求	未請求	発明の数 5 (全8頁)

劉発明の名称 超微細結晶粒組織を有する鋼及びその製造方法

②特 願 昭61-269719

20出 願 昭61(1986)11月14日

⑫発	明	者	西	沢	泰		宮城県仙台市茂ケ崎1丁目1-65
⑫発	明	者	石	田	清	仁	宮城県仙台市上杉3丁目5-20
⑫発	明	者	小	原	康	司	岩手県北上市大通り2丁目10-28
⑫発	明	者	Л	原	業	\equiv	宮城県仙台市六の字左近堀2の9
⑪出	願	人	西	沢	泰	=	宮城県仙台市茂ケ崎1丁目1-65
⑪出	頭	人	岩岩	手製	鉄株式台	≩社	岩手県和賀郡和賀町藤根18地割14番地
砂復	代 理	!人	弁理	土里	小川 加	頁三	

最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

超微細結晶粒組織を有する鋼及びその製造方法

- 2. 特許請求の範囲
 - A 2 0.01~30.0%, Ti 0.01~30.0%, V 0.01~30.0%, Cr 0.01~30.0%, Mo 0.01~30.0%, W 0.01~30.0%, Nb 0.01~30.0%, Zr 0.01~10.0%, Ta 0.01~10.0%, Hf 0.01~10.0%を1種または2種以上含み、残部Fe および不可避的不純物から成る、浸炭,窒化あるいは浸炭窒化することによって超微細結晶粒組機が得られる鋼。
 - 2. A ℓ 0.01~30.0%. Ti 0.01~30.0%. V
 0.01~30.0%. Cr 0.01~30.0%. Mo 0.01~30.0%. W 0.01~30.0%. Nb 0.01~30.0%.
 Zr 0.01~10.0%. Ta 0.01~10.0%. Hf 0.01~10.0%を1種または2種以上含み、残部Fe および不可避的不純物から成る鋼に温間または冷間加工によって登を与えた後、浸炭. 窒化あるいは浸炭窒化法によって炭化物. 窒化物

1

あるいは炭窒化物を均一且つ微細に折出させる と同時に再結晶させることによって、微細結晶 粒組織を有する網を製造する方法。

- 3. A & 0.01~30.0%, Ti 0.01~30.0%, V 0.01~30.0%, Cr 0.01~30.0%, Mo 0.01~30.0%, W 0.01~30.0%, Nb 0.01~30.0%, Zr 0.01~10.0%, Ta 0.01~10.0%, Hf 0.01~10.0%を1種または2種以上含み、残部Fe および不可避的不純物から成る鋼に浸炭。窒化あるいは浸炭窒化法によって炭化物。窒化物あるいは炭窒化物を均一且つ微細に析出させた後、温間または冷間加工によって歪みを与えた後、焼鈍し再結晶させることによって、微細結晶粒組織を有する鋼を製造する方法。
- 4. A 2 0.01~30.0%. Ti 0.01~30.0%. V 0.01~30.0%. Cr 0.01~30.0%. Mo 0.01~30.0%. W 0.01~30.0%. Nb 0.01~30.0%. Zr 0.01~10.0%. Ta 0.01~10.0%. Hf 0.01~10.0%を1種または2種以上含み、残部Fe および不可避的不純物から成る鋼に没炭.

if

棄化あるいは浸炭窒化法によって炭化物、窒化物あるいは浸炭窒化法によって炭化物、窒化物を均一且つ微細に析出させた後、この合金を数枚乃至数十枚重ね合わせ熱間加工を行って接合し、更に温間または冷間加工によって歪みを与えた後、焼鈍し再結晶させることによって、超微細結晶粒組織を有する厚さ5 m以上の比較的大きい形状の鋼を製造する方法。

5. A 2 0.01~30.0%. Ti 0.01~30.0%. V 0.01~30.0%. Cr 0.01~30.0%. Mo 0.01~30.0%. Mo 0.01~30.0%. Nb 0.01~30.0%. Zr 0.01~10.0%. Ta 0.01~10.0%. Hf 0.01~10.0%を1種または2種以上含み、残部Fe および不可避的不純物から成る鋼に浸炭. 窒化あるいは浸炭窒化法によって炭化物. 窒化物あるいは炭窒化物を均一且つ微細に折出させた後、更に温間または冷間加工によって歪みを与えた後、焼鈍し再結晶させることによって得られる、超微細結晶粒組織を有する高硬度材質のものを、他の材質の合金と重ね合わせて熱間

3

に依存するので、その条件をコントロールする必要がありまた高温で使用する場合には微細な結晶 粒も粒成長を生じて粗大化する。

従って、この方法ではマトリックス結晶粒と第 2 相の両相とも均一に微細化することは、極めて 困難であった。

(問題点を解決するための手段)

本発明は、従来技術の有する前記諸問題点を除 去・改善することのできる網及びその製造方法を 加工を行って接合し、複合材料を製造する方法。 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、網中の炭化物、窒化物あるいは炭窒化物を微細に析出させることによって結晶粒を微細化し、超微細結晶粒組織とした、高硬度を有し、且つ強靭性を有する網とその製造方法に関するものである。

(従来の技術)

合金の結晶粒を微細化することは、強度のみならず韧性をも改善するので、機械的性質向上には きわめて重要な方法である。

従来この結晶粒微細化法については(1);合金を冷間又は温間加工によって歪みを与え、更に再結晶化温度で加熱して微細化する方法、(2);結晶粒界が移動しにくいように、合金のマトリックス中に第2相を折出させ(1)の再結晶法と組合せて微細化する方法がよく用いられている。

(発明が解決しようとする問題点) 前記(1)の方法では結晶粒径が歪量と再結晶温度

4

提供することを目的とするものであり、特許請求 の範囲記載の超微細結晶粒組織を有する鋼及びそ の製造方法を提供することによって、前記目的を 達成することができる。すなわち本発明は、

- A 2 0.01~30.0%, Ti 0.01~30.0%, V 0.01~30.0%, Cr 0.01~30.0%, Mo 0.01~30.0%, W 0.01~30.0%, Nb 0.01~30.0%, Zr 0.01~10.0%, Ta 0.01~10.0%, Hf 0.01~10.0%を1種または2種以上含み、残部Fe および不可避的不純物から成る、浸炭,窒化あるいは浸炭窒化することによって超微細結晶粒組織が得られる鋼、
- 2. A 2 0.01~30.0%, Ti 0.01~30.0%, V
 0.01~30.0%, Cr 0.01~30.0%, Mo 0.01~30.0%, W 0.01~30.0%, Nb 0.01~30.0%, Zr 0.01~10.0%, Ta 0.01~10.0%, Hf 0.01~10.0%を1種または2種以上含み、残部Fe および不可避的不純物から成る網に温間または冷間加工によって歪を与えた後、浸炭, 窒化あるいは浸炭窒化法によって炭化物, 変化物

あるいは炭窒化物を均一且つ微細に折出させる と同時に再結晶させることによって、微細結晶 粒組織を有する鯛を製造する方法、

- 3. A & 0.01~30.0%, Ti 0.01~30.0%, V 0.01~30.0%, Cr 0.01~30.0%, Mo 0.01~30.0%, W 0.01~30.0%, Nb 0.01~30.0%, Zr 0.01~10.0%, Ta 0.01~10.0%, Hf 0.01~10.0%を1種または2種以上含み、残部Fe および不可避的不純物から成る鋼に浸炭、窒化あるいは浸炭窒化法によって炭化物、窒化物あるいは炭窒化物を均一且つ微細に析出させた後、温間または冷間加工によって歪みを与えた後、焼鈍し再結晶させることによって、微細結晶粒組織を有する鋼を製造する方法、
- 4. A e 0.01~30.0%, Ti 0.01~30.0%, V 0.01~30.0%, Cr 0.01~30.0%, Mo 0.01~30.0%, W 0.01~30.0%, Nb 0.01~30.0%, Zr 0.01~10.0%, Ta 0.01~10.0%, Hf 0.01~10.0%を1種または2種以上含み、残部 Fe および不可避的不純物から成る鋼に浸炭,

7

加工を行って接合し、複合材料を製造する方法に関するものである。

次に本発明を詳細に説明する。

本発明は前記問題点を解決するためのもので、 最終的に必要な量のC、Nを含む鋼を最初から溶 製することなく、浸炭、窒化あるいは浸炭窒化処理して、炭化物、窒化物、炭窒化物を形成させる ことを基本とし、その種類、大きさ及び析出量を コントロールすることによって得られる超微細結 品粒組織を有する鋼、及びその鋼を製造する方法 を提供せんとするものである。

具体的な内容:マトリックスの結晶粒を微細化するためには、粒径が小さくて、且つ成長しにくい析出相を多量に分散させることが必要である。本発明者等は、数多くの実験の結果、上記の条件を満足する析出相として次の型の炭化物。 窒化物、炭窒化物が有効でありこの種の析出相を含む細が超微細結晶粒組織を有する綱となり得ることを新規に知見し本発明を完成した。

M C 型…… (M:Ti, Nb, V, Ta, Zr, Hf, W)

窒化あるいは没皮窒化法によって炭化物、窒化物あるいは皮窒化物を均一且つ微細に折出させた後、この合金を数枚乃至数十枚重ね合わせ熱間加工を行って接合し、更に温間または冷間加工によって歪みを与えた後、焼鈍し再結晶させることによって、超微細結晶粒組織を有する厚さ5㎜以上の比較的大きい形状の綱を製造する方法、

5. A 2 0.01~30.0%, Ti 0.01~30.0%, V 0.01~30.0%, Cr 0.01~30.0%, Mo 0.01~30.0%, W 0.01~30.0%, Nb 0.01~30.0%, Zr 0.01~10.0%, Ta 0.01~10.0%, Hf 0.01~10.0%を1種または2種以上含み、残部Fe および不可避的不純物から成る鋼に浸炭、窒化あるいは浸炭窒化法によって炭化物, 窒化物あるいは炭窒化物を均一且つ微細に折出させた後、更に温間または冷間加工によって歪みを与えた後、焼鈍し再結晶させることによって得られる、超微細結晶粒組織を有する高硬度材質のものを、他の材質の合金と重ね合わせて熱間

8

M N 型…… (M:Ti, Nb, V, Ta, Zr, Hf, A&) M(C,N) 型… (M:Ti, Nb, V, Ta, Zr, Hf)

M z C型…… (M: Mo, W)

Mz N型…… (M:Cr, Mo, W)

M 2 3 C 4 型… (M: Cr, Mo, W)

M, C,型… (M:Cr)

M。C 型… (M:Mo)

一方、これらの化合物はマトリックスに対し固有の溶解度を有するので、この固溶限を超える濃度のものを溶解法で製造すると凝固時に巨大析出物として析出し、鋼の結晶粒微細化の効果は失われる。

これに対し本発明の方法は、先ずマトリックスのこあるいはN含有量を固溶限以下の量とした鋼を溶製し、然る後に浸炭、窒化あるいは浸炭窒化処理を施す方法であり、この方法に依り巨大な析出物とならない多量の析出物を分散存在させることができる。

上記の浸炭、窒化或いは浸炭窒化の方法として は、従来から行われている、ガス、固体、液体又 はイオン注入法等いずれの方法も適用できる。

本発明は更に、結晶粒を微細化するための方法として、浸炭、窒化あるいは浸炭窒化処理の前に冷間もしくは温間加工により、5~95%の加工を加えて歪みを与え、然る後に浸炭、窒化あるいは浸炭窒化処理を施すことによって折出物を微細且つ均一に分散させると同時に、再結晶をおこさせ微細化する方法、

又は浸炭、窒化あるいは浸炭窒化処理を施して 析出物を均一且つ微細に析出させた後、冷間もし くは温間加工により5~95%の加工を加えて歪み を与え、500~1000℃で焼鈍し再結晶させること によって微細化する方法、

此れ等の方法を実施する際に、浸炭、窒化あるいは浸炭窒化処理の条件、例えば温度、時間、雰囲気等を変えることによってC、Nの含有量、従って析出物の量を変化させることができるので、種々の性状の鋼を得ることができ、広範囲の用途に対して本発明の方法が適用される。

以上述べた方法は、厚さ5 m以下の比較的小さ

1 1

させる方法である。

これらに対し本発明による超微細結晶粒組織を 有する鋼は、単に硬質の表面層を生成させるのと は異なり、低C合金鋼の内部まで浸炭、窒化処理 を施すことによって鋼組織内部に各種炭化物、窒 化物等を微細且つ均一に生成させる方法によって 製造されるもので、従来から存在している浸炭鋼 或いは窒化鋼とは根本的に異なったものである。

また、最近、ハイスピード鋼の結晶粒度の微細化を目的として溶融状態の同氮を噴霧状態として粉末化し、更にこれを高温高圧下で焼結した粉末ハイス鋼の開発も行われているが、本発明品と比較してなお結晶粒度は粗く(10~40μm)、品質が劣るのみならず、その製造工程からみてコスト高である。

次に成分組成を限定する理由について説明する。 Ti、V、Nb、Ta、Zr、Hf;これらの元 素はいずれもMC、MN、M(C、N)型の化合 物を形成し、且つこれらの元素の良・窒化物は非 常に微細で安定であるので成長しにくく、結品粒 い形状のものに適用される方法であるが、大きい形状のものを製造するには、0.5~2mの厚さのものに浸炭、窒化あるいは浸炭窒化処理を施し、これを数枚乃至十数枚重ね合わせ、熱間加工によって接合させた後、5~95%の冷間若しくは温間加工によって歪みを与えた後、焼鈍、再結晶させることによる方法によって製造可能である。

また、本発明の方法によって作製した超微細結晶粒組織を有する鋼と他の合金とを重ね合わせて、熱間加工によって圧着接合後、5~95%の冷間若しくは温間加工によって歪みを与え、500~1000でで焼鈍再結晶させることによって、高硬度材質のものと軟質のものとの複合材料の作成も可能である。

さて、鋼表面層に硬度を与える手段として従来から浸炭あるいは窒化法があるが、前者は表面層にでき浸透させてその部分のC含有量を増加させ、一般的な焼入れ法によって表面層にマルテンサイト等の硬化層を生成させる方法であり、後者では表面層に窒化物を析出させて、析出硬化層を形成

1 2

微細化には特に有効であるがこれらの化合物を形成するには少なくとも0.01%以上含有していることが必要である。

一方、これらの元素は多量に含有されていると、シグマー相やラーバス相、等の金属間化合物を形成しマトリックスを脆化させるので、Ti, V. Nb については30.0%以下、その他の元素については10.0%以下とした。

A & ; A & N を形成して結晶粒微細化に有効であるが、このためには少なくとも0.01%以上含有していることが必要である。しかし多量に含有していると表面に安定な酸化物を形成して窒化されにくくなるので上限値を30.0%とした。

Cr, Mo, W;これらの元素はMzN型の窓化 物及び種々の炭化物を形成して、いずれも結晶粒 微細化に有効であるがシグマー相やラーバス相を 形成し易い元素であるので上限値を30.0%とした。

次に本発明を実施例について説明する。

(実施例1)

表1に示した各種鋼を溶製し、熱間鍛造,熱間

圧延にて2 m厚の板状とし、更に冷間圧延にて約 1 m厚の薄板を作成し浸炭、窒化処理を施した。 また比較材として溶解時に予め C を添加した鋼を 溶製し、同様に加工し熱処理を施した。 表 1 から 明らかなように本発明材は、従来材に比べて結晶 粒が約半分以下に微細化されている。

なお、№ 5 材に添加されている Si は炭化物や 窒化物を形成する元素ではないが、過剰浸炭や、 機械的性質を劣化させる粒界炭化物の形成を抑制 する効果を有する。

1 5

第1図はM1材を冷間加工後に浸炭処理を施した金属組織写真、第2図はM5材を同様の処理を行った時の金属組織写真を示す。また第3図は溶解法出作成した比較材M8を熱処理した後の金属組織写真であり、第1図と比べてもわかる様に本発明材の結晶粒が従来材より微細化されていることが認められる。

また、第4図は粉末法によって製造されたハイスピード網の金属組織写真であるが、ほぼ同じ組成であるね5材の組織写真である第2図と比較して明らかなように、炭化物及び結晶粒とも粉末ハイスよりも本発明材の方が微細である。

また、表 2 に各材料の機械的性質を示す。表 2 から明らかなように、本発明材の機械的性質は従来材に比べて格段に向上している。

			T		Т	T	T	Τ	т	1	T	,
	钴晶粒径	(m n/)	12.8	11.7	7.6	8.6	6.2	15.3	10.3	27.5	35.4	16.6
	授炭窒化及び	然処理条件	950で、6hガス漫談 (ますをきょっゃ8 0.3%で)	山山	950で、6hがス程設(か-キンキランシャホ 0.62で)	950で, 8h固体浸炭 (木炭と炭酸バリウム)	<u>н</u>	900℃ 10m浸炭窠份(72年=75%然加止亲货xz)	中區	850で, 1h 空冷	950で, 11 空冷	850で, 11 空冷
		その他	ı	1	Zr 0.6 Ta 2.8	Hf 0.2	W 6.2 Si 0.8	A£ 1.8	Ta 0.4 A£ 3.5	1	ı	0.9 ₩
	投	Ψ	1	,	١	2.1	5.6	2.5	ı	ł	ı	5.2
_	#	r.	۱	1	'	12.6	4.1	3.5	1	1	12.2	4.3
表		NP	1	1.6	,	1	1	۱	0.5	1	,	1
	Ħ	>	1.8	1	'	ı	3.2	'	1	1.7	+	3.1
		Ē	0.1	1	2.7			- 1	0.4	0.1	,	1
j		O	0.12	0.03	0.04	0.15	0.13	0.09	90.0	0.31	1.85	1.18
		2		~	က	4	S	မ	-	∞	6	2
- [発 野 女							¥	較 材	:
	1 6											

表

		表	2		
		機構	滅 的	性質	
No.	引張強度	伸び	硬度	街 撃 値	延脆性
INCL	Kg/mm²	(%)	Нv	(20 ℃) Kg.m/cm²	遷移温度 (で)
1	80.7	34.1	239	32.5	- 135
2	85.2	32.7	255	30.8	- 120
3	100.8	29.5	298	25.1	- 72
4	145.6	12.6	422	8.7	- 45
5	185.3	2.8	555	2.5	> 100
6	120.6	26.4	360	18.3	- 65
7	130.5	18.6	383	15.1	- 55
8	72.3	25.6	226	20.4	- 60
9	127.4	5.8	381	1.3	> 100
10	170.5	0.1	504	0.2	> 100

(実施例2)

表1の浸炭を施したMa1及びMa2の試料を更に冷間圧延によって約20%の加工を行い、850 でで1時間焼鈍、再結晶させた結果、それぞれ結晶粒径が4.3 μm及び3.7 μmと極めて微細な結晶粒組織を有する鋼を得ることができた。これらの

試料Naをそれぞれ11、12とし、各々の機械的性質を表3に示す。いずれも、更に一段と性質が向上している。

表 3

Na.	引張強度 Kg/mm²	伸び (%)	硬度 Hv	街 & 値 (20 ℃) Kg.m/cm²	延脆性 選移温度 (℃)
11	85.9	33.8	260	31.5	- 135
12	93.8	30.9	285	30.6	- 125

(実施例3)

表4のM21及びM22は表1の本発明材M1及びM2の1m厚の浸炭試料を20枚重ね合わせ、約1000での熱間鍛造で約15mに圧着し、さらに12mまで冷間圧延を行い、更に850でで1時間加熱後油冷,180でで3時間焼鈍したもの、またM23は比較材でM21に相当する成分を従来行われている溶解法によって作成したものである。各々の機械的性質の測定値から、本発明による結晶粒微細化により、強度、靱性とも著しく向上したことが認められる。

第5図. 第6図は、それぞれMc21とMc23の衝撃

1 9

ストであり、今後、高合金鋼に替わる新金属材料 として用いられるもので、我が国産業界に益する ところは極めて大なるものがある。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明Na.I材を冷間加工後、浸炭処理を施したものについての金属組織写真、

第2図は本発明 No. 5 材を冷間加工後、浸炭処理 を施したものについての金属組織写真、

第3図は比較材 Na. 8 材を冷間加工後、熱処理したものについての金属組織写真、

第4図は比較材Na 10材を熱処理したものについての金属組織写真、

第 5 図は本発明 No. 21 材の衝撃試験後の試験片の 外観を示す正面図、

第6図は比較材 No.23材の衝撃試験後の試験片の 外観を示す正面図である。

特許出願人 西 沢 泰 二同 岩手製鉄株式会社代理人 弁理士 村 田 政 治

試験後の試験片の形状を示したものであるが、明らかにNa 21材が優れた耐衝験性を有していることがわかる。

表 4

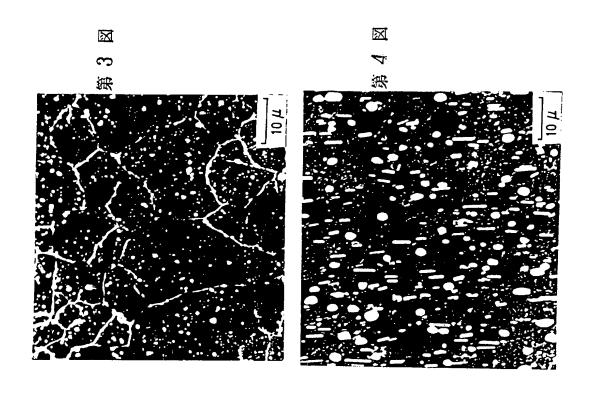
No.	引張強度	伸び	硬度	街 雖 値 (20 °C)	延脆性 遷移温度
	Kg/mm²	(%)	Ηv	Kg.m/cm²	(で)
21	158	24	462	9.5	- 95
22	138	28	409	12.6	- 118
23	143	17	421	2.1	- 15

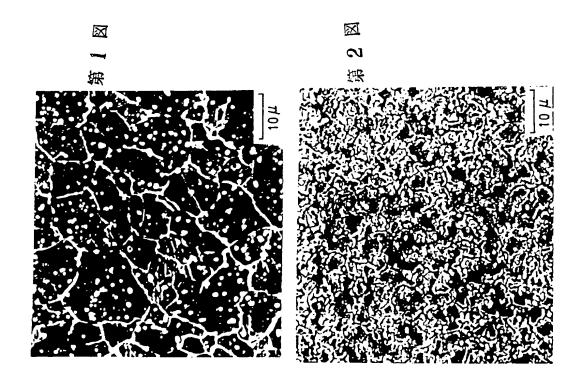
(発明の効果)

以上述べた通り、本発明による超微細結晶粒組織を有する鋼は従来の高級硬質鋼に比べ格段の強度、靱性を有するもので、しかもその製造コストも低廉で今後、切削工具用スローアウェーチップ材、線引ダイス材、硬質金型材、各種パンチ材、液体ガス(液化酸素、液化炭酸ガス、LPG、etc.)用バルブ材、各種クラッド材等に使用される。

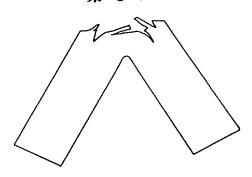
従来、此の種の材料としては焼き入れした高合 金鋼が用いられているが、既に述べたようにこれ らの材料に比べ、本発明材は格段に強靱且つ低コ

2 0

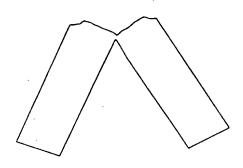




第 5 図



第6図



第1頁の続き

⑤Int.Cl.⁴

C 23 C 8/66 8/76 // C 21 D 8/00 識別記号

庁内整理番号

6554-4K 6554-4K D-8015-4K